

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-232959

(43)Date of publication of application : 05.09.1995

(51)Int.Cl.

C04B 35/10
B23P 15/28
// B23B 27/14

(21)Application number : 06-106630

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 20.05.1994

(72)Inventor : TSUCHIDA TAKEHIRO
KANAMARU MORIYOSHI
TATENO TSUNEO

(30)Priority

Priority number : 05322654 Priority date : 21.12.1993 Priority country : JP

(54) ALUMINA-BASED CERAMICS AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain SiC whisker-contg. Al₂O₃-based ceramics having sufficiently high denseness as well as sufficiently high strength and toughness even in the case of large-sized ceramics of a complex shape.

CONSTITUTION: A mixture contg. 5-30wt.% SiC whiskers, 3-30wt.% one or more kinds of oxides of Mg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y and rare earth elements as a sintering aid and Al₂O₃ powder as a base material or further contg. 0.5-40wt.% one or more kinds of compds. each consisting of one or more kinds of groups IVa, Va and VIa transition elements of the Periodic Table and one or more among C, N and B is press-compacted and subjected to pressureless sintering at 1,500-1,900° C in an atmosphere of inert gas contg. nitrogen.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

特開平 7 - 2 3 2 9 5 9

(43) 公開日 平成 7 年 (1995) 9 月 5 日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C04B 35/10				
B23P 15/28	Z			
// B23B 27/14	B			
		C04B 35/10	E	

審査請求 未請求 請求項の数 13 O L (全 14 頁)

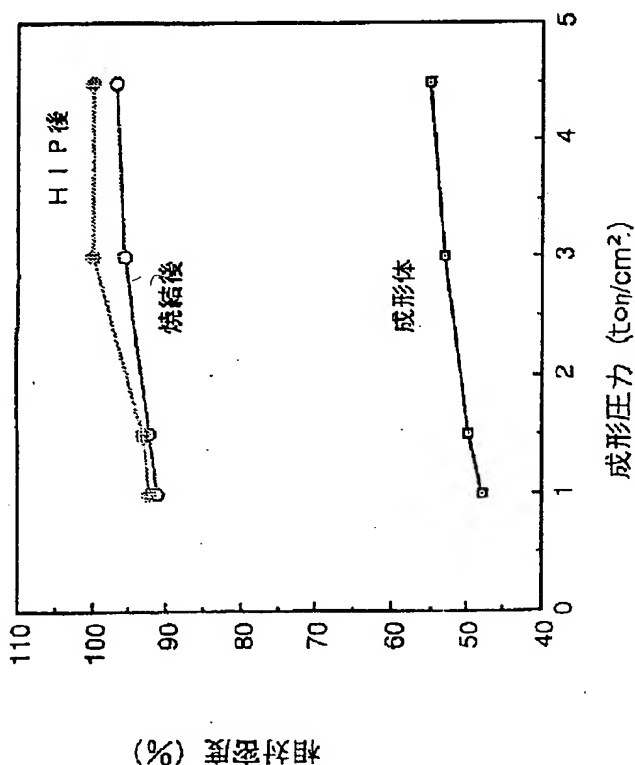
(21) 出願番号	特願平 6 - 1 0 6 6 3 0	(71) 出願人	0 0 0 0 0 1 1 9 9 株式会社神戸製鋼所 兵庫県神戸市中央区脇浜町 1 丁目 3 番 1 8 号
(22) 出願日	平成 6 年 (1994) 5 月 2 0 日	(72) 発明者	土田 武広 兵庫県明石市魚住町金ヶ崎西大池 1 7 9 番 1 株式会社神戸製鋼所明石工場内
(31) 優先権主張番号	特願平 5 - 3 2 2 6 5 4	(72) 発明者	金丸 守賀 兵庫県明石市魚住町金ヶ崎西大池 1 7 9 番 1 株式会社神戸製鋼所明石工場内
(32) 優先日	平 5 (1993) 12 月 2 1 日	(72) 発明者	立野 常男 兵庫県明石市魚住町金ヶ崎西大池 1 7 9 番 1 株式会社神戸製鋼所明石工場内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)	(74) 代理人	弁理士 明田 莞

(54) 【発明の名称】 アルミナ基セラミックス及びその製造方法

(57) 【要約】

【構成】 SiC ウィスカを 5 ~ 30wt% 含有すると共に、焼結助剤として Mg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y, 希土類元素の酸化物の 1 種以上を 3 ~ 30wt% 含有し、基材として Al₂O₃ 粉末を含有する混合体、或いは更に元素周期表 IVa、Va、Vla 族の遷移元素の 1 種以上と C, N, B の 1 種以上とからなる化合物の 1 種以上を 0.5 ~ 40wt% 含有する混合体を、加圧成形した後、窒素を含有する不活性ガス雰囲気中において 1500 ~ 1900℃ で常圧焼結することを特徴とする Al₂O₃ 基セラミックスの製造方法、又、かかる製造方法により得られる Al₂O₃ 基セラミックス。

【効果】 複雑形状及び大型のものであっても、十分な強度・靱性を有すると共に充分緻密な SiC ウィスカ含有 Al₂O₃ 基セラミックスが得られるようになる。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 SiC ウィスカを 5～30wt% 含有すると共に、焼結助剤として Mg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y 及び希土類元素の酸化物の 1 種以上を 3～30wt% 含有し、且つ窒素含有量が 0.2wt% 以上である Al₂O₃ 基焼結体よりなることを特徴とする Al₂O₃ 基セラミックス。

【請求項 2】 SiC ウィスカを 5～30wt% 含有し、元素周期表の IVa、Va、Vla 族の遷移元素の 1 種以上と C, N, B の 1 種以上とからなる化合物の 1 種または 2 種以上を 0.5～40wt% 含有すると共に、焼結助剤として Mg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y 及び希土類元素の酸化物の 1 種以上を 3～30wt% 含有し、且つ窒化物中窒素以外の窒素含有量が 0.2wt% 以上である Al₂O₃ 基焼結体よりなることを特徴とする Al₂O₃ 基セラミックス。

【請求項 3】 前記 Al₂O₃ 基焼結体の気孔率が 1% 以下である請求項 1 又は 2 記載の Al₂O₃ 基セラミックス。

【請求項 4】 SiC ウィスカを 5～30wt% 含有すると共に、焼結助剤として Mg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y, 希土類元素の酸化物の 1 種以上を 3～30wt% 含有し、基材として Al₂O₃ 基セラミックス原料粉末を含有する混合体を成形した後、窒素を含有する不活性ガス雰囲気中において 1500～1900℃ で常圧焼結することを特徴とする Al₂O₃ 基セラミックスの製造方法。

【請求項 5】 SiC ウィスカを 5～30wt% 含有し、元素周期表の IVa、Va、Vla 族の遷移元素の 1 種以上と C, N, B の 1 種以上とからなる化合物の 1 種または 2 種以上を 0.5～40wt% 含有すると共に、焼結助剤として Mg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y 及び希土類元素の酸化物の 1 種または 2 種以上を 3～30wt% 含有し、基材として Al₂O₃ 基セラミックス原料粉末を含有する混合体を加圧成形した後、窒素を含有する不活性ガス雰囲気中において 1500～1900℃ で常圧焼結することを特徴とする Al₂O₃ 基セラミックスの製造方法。

【請求項 6】 前記常圧焼結後に得られる焼結体を、更に窒素を含有する不活性ガス雰囲気中において 1200～1700℃ で熱間等方圧プレスして焼結体気孔率を 1% 以下にする請求項 4 又は 5 記載の Al₂O₃ 基セラミックスの製造方法。

【請求項 7】 前記焼結助剤として MgO を 0.2～10wt%、ZrO₂ を 0.2～20wt% 且つ Y₂O₃ を 1.0～20wt% 含有すると共に、これらの合計含有量が 20wt% 以下である請求項 1、2 又は 3 記載の Al₂O₃ 基セラミックス。

【請求項 8】 前記 Al₂O₃ 基焼結体の Al₂O₃ 粒径が 5 μm 以下である請求項 1、2、3 又は 7 記載の Al₂O₃ 基セラミックス。

【請求項 9】 前記 SiC ウィスカが平均アスペクト比：3 以上、直径：0.4～1.5 μm である請求項 1、2、3、7 又は 8 記載の Al₂O₃ 基セラミックス。

【請求項 10】 前記 SiC ウィスカの平均アスペクト比と Al₂O₃ 基焼結体中含有量との積が 400 以下である請求

項 1、2、3、7、8 又は 9 記載の Al₂O₃ 基セラミックス。

【請求項 11】 前記混合体を得るための混合をボールミルにより行い、その際の混合時間を 2～200 時間、且つ $t \geq 2c - 20$ の式を満たす時間にする請求項 4、5 又は 6 記載の Al₂O₃ 基セラミックスの製造方法。但し、上記式 $t \geq 2c - 20$ において c は混合体中の SiC ウィスカ含有量 (wt%)、t は混合時間 (h) を示すものである。

【請求項 12】 前記混合体を得るための混合を湿式混合法により行い、該混合後成形前における混合体の乾燥をスプレー乾燥法により行う請求項 4、5、6 又は 11 記載の Al₂O₃ 基セラミックスの製造方法。

【請求項 13】 前記混合体の成形の際の成形圧力を 3.0 ton/cm² 以上とする請求項 4、5、6、11 又は 12 記載の Al₂O₃ 基セラミックスの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、Al₂O₃ (アルミナ) 基セラミックス及びその製造方法に関し、特に、高強度、靱性、耐摩耗性を必要とする切削工具やダイス抽伸プラグ等の治工具類の他、耐摩耗性、靱性、耐衝撃性を必要とするポンプ・バルブやメカニカルシール等の機械部品類に用いて好適な Al₂O₃ 基セラミックス及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 Al₂O₃ 基セラミックスは、高強度を有すると共に耐食性、耐酸化性、耐摩耗性に優れ、機械部品や治具・工具材に適したセラミックスとして知られているが、従来エンジニアリングセラミックスとして多用されてきた Si₃N₄ 系セラミックスに比べると、強度及び靱性が劣っている。

【0003】 この Al₂O₃ 基セラミックスの強度・靱性の改善方法が検討され、その結果、米国特許第 4543345 号公報に記載の如く、SiC ウィスカを添加する方法が開発され提案されており、優れた靱性が得られている。しかし、この SiC ウィスカを添加した Al₂O₃ 基セラミックス（以降、SiC ウィスカ含有 Al₂O₃ 基セラミックスという）はホットプレスにより製造されており、この製造方法では複雑な形状のものができない上、大型のものの製造が困難であるという問題点がある。

【0004】 そこで、この問題点を解決するために常圧焼結法の適用が試みられている。例えば、Terry N Tigrs らは、J. Am. Ceram. Soc. 73[5] (1990) 1440-1442 に記載の如く、SiC ウィスカのアスペクト比及び焼結助剤の量を変え、常圧焼結することを試みている。又、Young-Wook Kim らは、J. Mat. Sci. 26 (1991) 1316-1320 に記載の如く、焼結前の成形体に水酸化アルミを析出させる特殊な方法を用い、常圧焼結することを試みている。一方、本発明者らは、特開平 4-124058 号公報に記載の如く、Al₂O₃ に SiC ウィスカを添加すると共に焼結助剤として Mg,

Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y及び希土類元素の酸化物を添加することを開示している。尚、これら常圧焼結はSiC ウイスカと雰囲気ガスとの反応を避けるためにアルゴン等の不活性雰囲気中において1500~1900℃で行われている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、前記従来の常圧焼結法によりSiC ウイスカ含有 Al₂O₃基セラミックスを製造する場合、SiC ウイスカが焼結を阻害するため、十分に緻密な焼結体を得るのは非常に難しいという問題点がある。

【0006】そこで、この対策として、SiC ウイスカが焼結を阻害せず、十分に緻密な焼結体を得られる程度にSiC ウイスカの添加量を減少させたり、J. Am. Ceram. Soc. 73[5](1990)1440-1442 に記載の如くSiC ウイスカのAspect比を著しく小さくしたり、焼結助剤の添加量を多くしたりすると、それらに起因して強度・靱性が著しく低下し、十分な強度・靱性が得られなくなる。従って、かかる強度・靱性の低下を招くことなく、十分な強度・靱性を有すると共に充分緻密な焼結体よりなるSiC ウイスカ含有 Al₂O₃基セラミックスを常圧焼結法により製造し得る技術の開発が望まれる。

【0007】尚、米国特許第4543345号公報に記載の方法の如くホットプレスにより製造するのでは、簡単な形状で且つ小さなものしか得られず、又、著しく手間がかかるという現状にある。

【0008】本発明はこの様な事情に着目してなされたものであって、その目的は、従来のものがもつ以上のような問題点を解消し、ホットプレスではなく複雑形状及び大型のものの製造が可能な常圧焼結法を基本工程として得られるSiC ウイスカ含有Al₂O₃基セラミックスであって、十分な強度・靱性を有すると共に充分緻密な焼結体よりなる Al₂O₃基セラミックスを提供し、又、常圧焼結法を基本工程として、十分な強度・靱性を有すると共に充分緻密な焼結体よりなるSiC ウイスカ含有Al₂O₃基セラミックスを製造し得る Al₂O₃基セラミックスの製造方法を提供しようとするものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、本発明に係る Al₂O₃基セラミックス及び Al₂O₃基セラミックスの製造方法は次のような構成としている。即ち、請求項1に記載の Al₂O₃基セラミックスは、SiC ウイスカを5~30wt%含有すると共に、焼結助剤としてMg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y及び希土類元素の酸化物の1種以上を3~30wt%含有し、且つ窒素含有量が0.2wt%以上であるAl₂O₃基焼結体よりなることを特徴とする Al₂O₃基セラミックスである。

【0010】請求項2に記載の Al₂O₃基セラミックスは、SiC ウイスカを5~30wt%含有し、元素周期表のIVa, Va, VIa 族の遷移元素の1種以上とC, N, Bの1

種以上とからなる化合物の1種以上を0.5~40wt%含有すると共に、焼結助剤としてMg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y及び希土類元素の酸化物の1種または2種以上を3~30wt%含有し、且つ窒化物中空素以外の窒素含有量が0.2wt%以上である Al₂O₃基焼結体よりなることを特徴とする Al₂O₃基セラミックスである。

【0011】請求項3に記載の Al₂O₃基セラミックスは、前記 Al₂O₃基焼結体の気孔率が1%以下である請求項1又は2記載の Al₂O₃基セラミックスである。

【0012】請求項4に記載の Al₂O₃基セラミックスの製造方法は、SiC ウイスカを5~30wt%含有すると共に、焼結助剤としてMg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y, 希土類元素の酸化物の1種または2種以上を3~30wt%含有し、基材として Al₂O₃基セラミックス原料粉末を含有する混合体を成形した後、窒素を含有する不活性ガス雰囲気中において1500~1900℃で常圧焼結することを特徴とする Al₂O₃基セラミックスの製造方法である。

【0013】請求項5に記載の製造方法は、SiC ウイスカを5~30wt%含有し、元素周期表のIVa, Va, VIa 族の遷移元素の1種以上とC, N, Bの1種以上とからなる化合物の1種または2種以上を0.5~40wt%含有すると共に、焼結助剤としてMg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y及び希土類元素の酸化物の1種または2種以上を3~30wt%含有し、基材として Al₂O₃基セラミックス原料粉末を含有する混合体を加圧成形した後、窒素を含有する不活性ガス雰囲気中において1500~1900℃で常圧焼結することを特徴とする Al₂O₃基セラミックスの製造方法である。

【0014】請求項6に記載の製造方法は、前記常圧焼結後に得られる焼結体を、更に窒素を含有する不活性ガス雰囲気中において1200~1700℃で熱間等方圧プレス（以降、HIP という）して焼結体気孔率を1%以下にする請求項4又は5記載の Al₂O₃基セラミックスの製造方法である。

【0015】請求項7に記載の Al₂O₃基セラミックスは、前記焼結助剤として MgOを0.2~10wt%、ZrO₂を0.2~20wt% 且つY₂O₃を1.0~20wt% 含有すると共にこれらの合計含有量が20wt% 以下である請求項1、2又は3記載の Al₂O₃基セラミックスである。請求項8に記載の Al₂O₃基セラミックスは、前記 Al₂O₃基焼結体の Al₂O₃粒径が5μm 以下である請求項1、2、3又は7記載の Al₂O₃基セラミックスである。請求項9に記載の Al₂O₃基セラミックスは、前記SiC ウイスカが平均Aspect比:3以上、直径:0.4~1.5μm である請求項1、2、3、7又は8記載の Al₂O₃基セラミックスである。請求項10に記載の Al₂O₃基セラミックスは、前記SiC ウイスカの平均Aspect比と Al₂O₃基焼結体中含有量との積が400 以下である請求項1、2、3、7、8又は9記載の Al₂O₃基セラミックスである。

【0016】請求項11に記載の製造方法は、前記混合体

を得るための混合をボールミルにより行い、その際の混合時間を2~200時間且つ $t \geq 2c - 20$ の式(但し、 c は混合体中のSiC ウィスカ含有量(wt%)、 t は混合時間(h))を充たす時間にする請求項4、5又は6記載の Al_2O_3 基セラミックスの製造方法である。請求項12に記載の製造方法は、前記混合体を得るための混合を湿式混合法により行い、該混合後成形前における混合体の乾燥をスプレー乾燥法により行う請求項4、5、6又は11記載の Al_2O_3 基セラミックスの製造方法である。請求項13に記載の製造方法は、前記混合体の成形の際の成形圧力を

【0017】

【作用】本発明は、常圧焼結法を基本工程として、十分な強度・靱性を有すると共に緻密な焼結体を得られる技術を開発すべく研究をしていたとき、SiC ウィスカ、焼結助剤及び Al_2O_3 基セラミックス原料粉末の混合成形体を常圧焼結するに際し、焼結助剤としてMg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y, 希土類元素の酸化物の1種または2種以上(以降、Mgの酸化物等という)を使用した場合、意外にも焼結による緻密化が焼結雰囲気の影響を受け、窒素を含有する不活性ガス雰囲気(以降、窒素含有不活性ガス雰囲気という)中で焼結すると焼結助剤を有効に働かせられ、十分な強度・靱性を確保した上で十分な緻密化が図れることを知見し、主にはかかる知見に基づき完成されたものである。

【0018】即ち、SiC ウィスカ、焼結助剤及び Al_2O_3 基セラミックス原料粉末の混合成形体を常圧焼結すると、SiC ウィスカ及び焼結助剤を含有する焼結体を得られる。ここで、焼結の際の窒素含有不活性ガス雰囲気的作用を説明する前に、その作用と関連するSiC ウィスカ及び焼結助剤の作用について先ず説明する。

【0019】SiC ウィスカは、ブルアウト・ブリッジング・クラックディフレクション等の作用により、靱性を向上させるが、その含有量が5wt%未満になると靱性向上の効果が不十分であり、30wt%を超えると緻密化が困難となるため強度が低下してしまう。従って、含有量は5~30wt%とする必要がある。

【0020】焼結助剤の選択は常圧焼結法においては重要な要素の一つであり、その焼結助剤の役割は、焼結中に液相を発生し、絡み合ったSiC ウィスカの再配列を促して焼結体の密度を向上(緻密性を向上)させることにある。かかる焼結助剤としてMgの酸化物等が好適であり、これら焼結助剤はいずれもSiC ウィスカの劣化する温度以下で液相となり、SiC ウィスカとの著しい反応もなく、しかもSiC ウィスカとの濡れ性が良いため、効果的に焼結体の密度を向上させることができるが、これら焼結助剤の含有量が3wt%未満になるとその効果は小さく不十分であり、30wt%超になると相対的に Al_2O_3 量が減少し、 Al_2O_3 本来の優れた特性が失われてしまう。

従って、焼結助剤としてのMgの酸化物等の含有量は3~30wt%とする必要がある。

【0021】次に、焼結の際の窒素含有不活性ガス雰囲気的作用を説明する。真空、Arガス雰囲気において焼結すると、焼結中に焼結助剤(液相となった焼結助剤)の蒸発が激しく、そのため焼結助剤の働き(絡み合ったSiC ウィスカの再配列を促す働き)が損なわれ、焼結体の緻密性向上(緻密化)が図れず、充分緻密な焼結体を得ることができない。

【0022】これに対し、窒素含有不活性ガス雰囲気中において焼結すると、焼結助剤の蒸発が抑制され、そのため緻密化が促進され、充分に緻密化された焼結体を得られるという知見が得られた、そして、この焼結体は窒素含有量が0.2wt%以上となることがわかった。この原因については明らかではないが、焼結の際に液相となった焼結助剤中に窒素が含有され、その液相の気化温度が上昇するためと考えられる。但し、このように窒素含有不活性ガス雰囲気中で焼結しても、焼結温度が1900℃を超えると焼結助剤の蒸発が激しくなり、充分緻密な焼結体を得ることができなくなり、1500℃未満になると焼結助剤の充分な液相が生じないため、焼結助剤の働きが弱く、充分緻密な焼結体を得ることができなくなるので、焼結温度は1500~1900℃とする必要がある。

【0023】ここで、窒素含有不活性ガス雰囲気とは、不活性ガス雰囲気であって窒素を含有する雰囲気のことであり、より具体的には窒素ガス雰囲気、又は、窒素ガスと窒素ガス以外の不活性ガス(例えばAr)との混合ガス雰囲気のことである。この窒素含有不活性ガス雰囲気の圧力は、焼結が常圧焼結であることから、常圧(1気圧)である。

【0024】本発明は、以上の知見に基づき完成されたものであり、本発明に係る Al_2O_3 基セラミックスの製造方法(請求項4記載の Al_2O_3 基セラミックスの製造方法)では、SiC ウィスカを5~30wt%含有すると共に、焼結助剤としてMg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y, 希土類元素の酸化物の1種または2種以上を3~30wt%含有し、基材として Al_2O_3 基セラミックス原料粉末を含有する混合体を成形した後、窒素を含有する不活性ガス雰囲気中において1500~1900℃で常圧焼結するようにしており、従って、複雑形状及び大型のものの製造が可能な常圧焼結法を基本工程として、十分な強度・靱性を有すると共に充分緻密な焼結体よりなるSiC ウィスカ含有 Al_2O_3 基セラミックスを製造し得る。

【0025】又、本発明に係る Al_2O_3 基セラミックス(請求項1記載の Al_2O_3 基セラミックス)では、SiC ウィスカを5~30wt%含有すると共に、焼結助剤としてMg, Si, Ca, Ti, Zr, Cr, Ni, Y及び希土類元素の酸化物の1種または2種以上を3~30wt%含有し、且つ窒素含有量が0.2wt%以上である Al_2O_3 基焼結体よりなるようにしており、従って、常圧焼結法を基本工程として得ら

れるSiC ウイスカ含有 Al₂O₃ 基セラミックスであって、十分な強度・靱性を有すると共に充分緻密なものである。

【0026】更に、上記混合体中に元素周期表のIVa、Va、Vla 族の遷移元素の1種以上とC、N、Bの1種以上とからなる化合物の1種または2種以上を0.5~40wt%含有させると、その化合物の一部がAl₂O₃結晶粒内にとりこまれ、常圧焼結後の冷却時に該化合物とAl₂O₃との熱膨張率差によりAl₂O₃結晶粒内に転位が発生し、その結果、得られるAl₂O₃基セラミックスの強度及び靱性が向上し、より一層強度及び靱性に優れたAl₂O₃基セラミックスとなる。(請求項5記載のAl₂O₃基セラミックスの製造方法、請求項2記載のAl₂O₃基セラミックス)。このとき、化合物の含有量を0.5~40wt%としているのは、0.5wt%未満にすると上記強度及び靱性の向上効果が発揮されず、40wt%超にすると相対的にAl₂O₃量が減少し、Al₂O₃本来の優れた特性が失われてしまうからである。

【0027】尚、請求項2記載のAl₂O₃基セラミックスにおいて、窒化物中窒素以外の窒素含有量とは、上記化合物として窒化物(上記遷移元素とNとからなる化合物)が含有される場合には該窒化物を構成するN以外の窒素の含有量のことであり、窒化物が含有されない場合には請求項1記載のAl₂O₃基セラミックスの場合と同様、Al₂O₃基焼結体中の窒素含有量のことである。

【0028】本発明に係るAl₂O₃基セラミックス(請求項1及び2記載のAl₂O₃基セラミックス)は、前記の如く十分な強度・靱性を有すると共に充分緻密なAl₂O₃基焼結体よりなるが、この焼結体の気孔率が1%以下のとき、強度・靱性が特に高く、より確実に高強度・高靱性を有するものとなるので、焼結体の気孔率を1%以下にすることが望ましい(請求項3記載のAl₂O₃基セラミックス)。尚、気孔率が1%超のものは1%以下のものに比べれば、気孔が破壊の起点となり強度が低いという傾向にある。

【0029】かかる気孔率1%以下のものは、前記常圧焼結後に得られる焼結体を更にHIPすることにより得ることができ、特に常圧焼結後の焼結体の気孔率が5%以下のとき、これをHIPすることにより確実に気孔率1%以下にし得る。このとき、真空中又はArガス雰囲気中でHIPするよりも、窒素含有不活性ガス雰囲気中でHIPする方が、前記常圧焼結の場合と同様の理由により、気孔除去効果が大きく(緻密化され易く)、気孔率を小さくし易い。又、HIPの際の温度は、1200℃未満では気孔除去され難くなり、1700℃超ではAl₂O₃の粒成長により強度・靱性が低下する傾向にあることから、1200~1700℃とすることが望ましい。従って、前記常圧焼結後に得られる焼結体を、更に窒素を含有する不活性ガス雰囲気において1200~1700℃でHIPして焼結体気孔率を1%以下にすることが望ましい(請求項6記載のAl₂O₃基セラ

ミックスの製造方法)。尚、上記窒素含有不活性ガス雰囲気中の圧力は、500気圧未満では気孔を除去し難くなる傾向にあり、2000気圧超ではセラミックス中に不必要な残留応力がのこる傾向にあることから、500~2000気圧とすることが望ましい。

【0030】本発明において、焼結助剤としてMg、Si、Ca、Ti、Zr、Cr、Ni、Y及び希土類元素の酸化物の1種以上を3~30wt%含有するが、この中でもMgOを0.2~10wt%、ZrO₂を0.2~20wt%且つY₂O₃を1.0~20wt%含有すると共に、これらの合計含有量が20wt%以下である場合、SiC ウイスカを比較的多く含有(例えば15wt%以上含有)するときでも得られるアルミナ基セラミックスはより緻密なものとなり、又、硬さが非常に高いものとなる(請求項7記載のAl₂O₃基セラミックス)。これは、焼結助剤として上記MgO、ZrO₂且つY₂O₃を上記量で使用すると、焼結がより促進されつつ、粒成長が抑制されて硬さが十分に保持されるためである。尚、上記量よりも少ないと、焼結促進効果が十分に現れず、多過ぎると焼結助剤の比率が高くなり過ぎてAl₂O₃のもつ本来の硬さが失われてしまうので、上記の如き量にしている。ここで、上記MgO、ZrO₂且つY₂O₃の合計含有量としては、上記効果をより確実に高めるために、更に10~15wt%にすることが望ましく、特に8~12wt%にすることが望ましい。

【0031】更に、本発明に係るAl₂O₃基セラミックスの強度及び靱性に及ぼすAl₂O₃基焼結体のマトリックスのAl₂O₃粒径及びSiC ウイスカの形状の影響を研究したところ、Al₂O₃粒径については5μm超の場合にその粒子が破壊の起点となり強度が低下する傾向があることがわかった。従って、かかる粒径による強度低下を抑えるにはAl₂O₃基焼結体でのAl₂O₃粒径については5μm以下にすることが望ましい(請求項8記載のAl₂O₃基セラミックス)。このような粒径のAl₂O₃基セラミックスは、Al₂O₃基セラミックス原料粉末として粒径5μm以下のものを用い且つ製造条件を適宜制御することにより得られる。

【0032】一方、SiC ウイスカの形状については平均アスペクト比:3以上、直径:0.4~1.5μmにすること(請求項9記載のAl₂O₃基セラミックス)により、Al₂O₃基セラミックスの靱性及び強度をより向上し得ることがわかった。ここで、SiCウイスカはAl₂O₃基セラミックス使用時のクラックの橋渡し(クラックブリッジング)をし、このクラックの進展を阻止する働きがある。かかる働きは、SiC ウイスカの直径が0.4μm未満では小さく、直径が大きくなるほど大きくなるが、1.5μm超ではSiC ウイスカ自体が破壊の起点となり、靱性は向上しても強度が低下する。又、アスペクト比が3未満では、かかる働きが小さい。尚、一層の靱性及び強度向上を図るにはSiC ウイスカのアスペクト比:4以上、直径:0.6~1.0μmにすることが望ましい。

【0033】本発明に係るSiC ウィスカの含有量は前述の如く5～30wt%にする必要があるが、10wt%超の場合はウィスカ同士がぶつかり合っつくるネットワーク構造により常圧焼結時の収縮が阻害され、焼結性が低下する傾向があるので、かかる焼結性の低下を来さなくするにはSiC ウィスカ含有量は10wt%以下にするとよいが、そうすると同時に靱性及び強度の向上が制限され、従って、上記10wt%超の場合の焼結性低下を防止することが望まれる。そこで、その防止対策を研究したところ、SiC ウィスカの平均アスペクト比と Al_2O_3 基焼結体中含有量との積を400以下にすることにより、SiC ウィスカ含有量：10wt%超の場合であっても焼結性が低下しないことがわかった。従って、上記積を400 以下にすることにより、焼結性の低下を招くことなくSiC ウィスカ含有量：10～30wt%にでき、それにより一層の靱性及び強度の向上が図れる（請求項10記載の Al_2O_3 基セラミックス）。ここで、上記積を400 超にするとウィスカ同士のぶつかり合いが多くなり、その反発力のため、上記焼結性の低下を防止する効果が小さくなる。尚、より安定的に常圧焼結後の気孔率を5%以下とする点からは上記積を300 以下にすることが望ましい。

【0034】前記の如くSiC ウィスカの平均アスペクト比：3以上の Al_2O_3 基セラミックスを製造するには、成形前の混合体を得るための混合での条件を適宜制御すればよい。この混合をボールミルで行う場合の条件としては、混合時間 t を2～200 時間且つ $t \geq 2c - 20$ の式

【但し c : SiC ウィスカ含有量、 t : 時間(h)】を充たす時間にするとよい（請求項11記載の製造方法）。ここで、混合時間 t : 200 時間超にするとSiC ウィスカの折損により平均アスペクト比：3未満となる。混合時間 $t < 2c - 20$ にすると、アスペクト比が大きすぎ、混合体の成形後の焼結を良好にすることができなくなる。混合時間 t : 2時間未満にすると、均一な混合体を得られ難くなり、引いては Al_2O_3 基セラミックスは均質性が低下して強度が低下する。尚、より強度を向上するには混合時間 t : 4～100 時間とすることが望ましい。

【0035】前記混合体を得るための混合を湿式混合法により行う場合、得られた混合体を成形前に乾燥する。この乾燥は、従来混合体を金属製バットに入れて数時間かけて静置乾燥するバット乾燥法により行われていたが、この乾燥法では混合時に均一に混合されていても静置乾燥の間にSiC ウィスカ同士が凝集し、従って、最終的に極めて不均一な組織となり、強度及び靱性が著しく低下する。これに代えて、スプレー乾燥法により行うと、ウィスカの凝集が起こる前にすばやく乾燥できるため、乾燥時のSiC ウィスカ凝集が起こり難く、従って、得られる Al_2O_3 基セラミックスはSiC ウィスカ均一性に優れ、靱性及び強度が向上する（請求項12記載の製造方法）。

【0036】一般にセラミックスのプレス成形では成形

圧力1～210n/cm² で成形するのが常識であるが、本発明に係る混合体の成形の際の成形圧力については3.010n/cm²以上とすることが望ましい（請求項13記載の製造方法）。これは、成形圧力と成形体の焼結後に得られる焼結体密度との関係を調べていたとき、SiC ウィスカのような短繊維を含有する混合体をプレス成形する場合には、通常の成形圧力（1～210n/cm²）ではSiC ウィスカの影響で成形体密度が上がり難く、これよりも高い3.010n/cm²以上にとると成形体密度を向上し得ることを見出したことに基づくものである。具体的には、成形体密度が焼結体理論に対する相対密度で、通常の成形圧力のとき50%以下であるのに対し、3.010n/cm²以上のときは53%以上になる。このように成形体密度が向上することは、粉末同士の接点及び／又はSiC ウィスカと粉末との接点の数が増えることであり、そのため焼結時の緻密化がされ易くなり、引いては靱性及び強度が向上する。このとき、成形圧力が高いほど靱性及び強度が向上し、その点からは4.010n/cm²以上とすることが好ましいが、割れ発生の防止の点から1010n/cm²以下とすることが望ましい。尚、本発明に係る混合体の成形は金型プレス成形法、冷間等方圧プレス成形法等により行うことができる。

【0037】

【実施例】

（実施例1） Al_2O_3 粉末（基材としての Al_2O_3 基セラミックス原料粉末）、SiC ウィスカ及び焼結助剤を湿式混合し、次いでスプレー乾燥した後、金型を用いてプレスにより加圧成形し、成形体を得た。次に、この成形体を窒素ガス（ N_2 ）雰囲気中において1500～1900℃で常圧焼結し、焼結体（以降、常圧焼結体という）を得た。これら焼結体の一部については、更にHIP した（該HIP 後のものを、以降HIP 材という）。ここで、SiC ウィスカの含有量、焼結助剤の種類及び含有量、常圧焼結条件（温度、時間）、HIP 条件（温度、時間、圧力）は表1に示す通りであり、種々変化させた。

【0038】このようにして得られた常圧焼結体及びHIP 材（いずれも Al_2O_3 基セラミックス）について、気孔率、曲げ強度及び破壊靱性を測定し、又、窒素含有量を分析した。ここで、気孔率については、アルキメデス法により密度を測定し、その密度測定値から求めた。曲げ強度は、3点曲げ試験により測定した。破壊靱性は、1F法（Indentation fracture法）によりJIS に準拠して測定した。窒素含有量は不活性ガス溶融法により分析した。これら測定結果を表2に示す。比較例のもの（本発明に係る要件から外れるもの）では、全般的に気孔率が大きく、曲げ強度及び破壊靱性値が低いが、これに対し、本発明の実施例（本発明に係る要件を充たすもの）では、全般的に気孔率が小さく、曲げ強度及び破壊靱性値が高い。尚、比較例のNo.2（HIP 材）は本発明の実施例のNo.5（常圧焼結体）に比し、気孔率が小さく、曲げ

強度が高いが、これはHIPの有無によるものである。それでも破壊靱性値については、前者のものは後者のものより低い。

【0039】（実施例2）実施例1と同様の方法により、常圧焼結体及びHIP材を得た。ここで、SiC ウィスカの含有量、焼結助剤の種類及び含有量、常圧焼結条件等は表3に示す通りであり、種々変化させた。そして、これら常圧焼結体及びHIP材について実施例1と同様の測定を行った。これら測定結果を表4に示す。比較例に係るものに対し、本発明の実施例に係るものは、全般的に気孔率が小さく、曲げ強度及び破壊靱性値が高い。

【0040】（実施例3） Al_2O_3 粉末、SiC ウィスカ及び焼結助剤、TiC 又はVC（遷移元素であるTi又はVとCとからなる化合物）を湿式混合した後、実施例と同様、スプレー乾燥、成形、常圧焼結して焼結体を得、又、その一部はHIPしHIP材を得た。ここで、SiC ウィスカの含有量、焼結助剤の種類及び含有量、TiC 又はVCの含有量、常圧焼結条件等は表5に示す通りであり、種々変化させた。そして、これら常圧焼結体及びHIP材について実施例1と同様の測定を行った。これら測定結果を表6に示す。比較例に係るものに対し、本発明の実施例に係るものは、全般的に気孔率が小さく、曲げ強度及び破壊靱性値が高い。

【0041】（実施例4）表7に示す配合量で Al_2O_3 粉末、SiC ウィスカ及び焼結助剤等を湿式混合した後、成形した。次に、この成形体を窒素中1500～1900℃で常圧

焼結した後、 N_2 中でHIPした。そして、これらについて実施例1と同様の測定を行い、更に硬度測定も行った。尚、硬度はマイクロビッカース硬度計を用いてJISに準拠して測定した。これら測定結果を表8に示す。この表8に示される実施例のものは請求項7記載の Al_2O_3 基セラミックスに係るものであり、機械的性質に優れ、硬さも高い。これに対して表8に示される比較例1～3のものは焼結助剤の種類が異なることに起因して機械的性質が劣り、特に硬さが低く、又、比較例4のものは焼結助剤の種類は同様であるが、その含有量が多いことに起因して硬さが低く、又、比較例5のものは焼結助剤の含有量が少ないことに起因して緻密性が劣り、従って機械的特性が低い。

【0042】（実施例5）前記実施例4において表7のD-2に示した Al_2O_3 基焼結体は強度： $96kg/mm^2$ 、靱性： $4.9MPam^{1/2}$ である（表8）。この焼結体のマトリックス(Al_2O_3)の粒径を測定したところ、粒径： $1.2\mu m$ であった。一方、 Al_2O_3 基セラミックス原料粉末として、このD-2の場合よりも粒径の大きなものを用い、この点を除きD-2の場合と同様の製造法により同様組成を有する Al_2O_3 基焼結体を得、そのマトリックス粒径、強度及び靱性を測定したところ、粒径： $7.5\mu m$ 、強度： $34kg/mm^2$ 、靱性： $5.7MPam^{1/2}$ であった。

【0043】

【表1】

		SiC 割合 :wt%	化合物 :wt%	焼結助 剤 :wt%	成形 法	焼結条 件	HIP 条件
実 施 例 A	1	10	—	MgO :2 Y ₂ O ₃ :4	金型 プレス	1750℃ ×1hr, N ₂ 中	1500℃× 1hr, 1500 atm, N ₂ 中
	2	12.5	—	ZrO ₂ :4 MgO :8	同上	1800℃ ×1hr, N ₂ 中	同上
	3	15	—	TiO ₂ :4 ZrO ₂ :8	同上	1850℃ ×1hr, N ₂ 中	同上
	4	20	—	MgO :2 ZrO ₂ :4 Y ₂ O ₃ :8	同上	1750℃ ×1hr, N ₂ 中	同上
	5	10	—	SiO ₂ :5 Y ₂ O ₃ :3	同上	1700℃ ×1hr, N ₂ 中	— (: HIP せず)
比 較 例 a	1	15	—	SiO ₂ :8 Y ₂ O ₃ :4	同上	1800℃ ×1hr, Ar中	1500℃× 1hr, N ₂ 中
	2	3	—	MgO :2 Y ₂ O ₃ :4	同上	1750℃ ×1hr, N ₂ 中	同上
	3	35	—	MgO :2 Y ₂ O ₃ :4	同上	1800℃ ×1hr, N ₂ 中	同上
	4	15	—	MgO :12 Y ₂ O ₃ :24	同上	同上	同上
	5	15	—	SiO ₂ :0.5 Y ₂ O ₃ :1.5	同上	同上	同上

【0044】

【表2】

		N ₂ 量 : %	気孔 率	強度 : kg/mm ²	靱性 : MPa m ^{1/2}
実 施 例 A	1	0.6	0.2	80	4.3
	2	0.9	0.2	84	4.9
	3	1.2	0.3	80	5.1
	4	1.2	0.6	80	5.5
	5	0.5	2.0	65	4.4
比 較 例 a	1	0.09	2.9	42	3.2
	2	0.8	0.08	71	3.1
	3	0.9	7.8	31	測定不可
	4	2.1	1.2	36	2.9
	5	0.2	10.5	25	測定不可

【0045】

		SiC 割合 :wt%	化合 物 :wt%	焼結助 剤 :wt%	成形 法	焼結 条件	HIP 条件
実 施 例 B	1	10	—	MgO :2 Y ₂ O ₃ :4	金型 プレス	1750℃× 1hr, N ₂ 中	1500℃×1hr, 1500atm, N ₂ 中
	2	12.5	—	ZrO ₂ :4 MgO :8	同上	1800℃× 1hr, N ₂ 中	同上
	3	15	—	SiO ₂ :8 Y ₂ O ₃ :4	押出 成形	同上	同上
	4	12.5	TiC :4	同上	金型 プレス	同上	同上
	5	15	—	TiO ₂ :4 ZrO ₂ :6	同上	1850℃× 1hr, N ₂ 中	同上
	6	20	—	MgO :2 ZrO ₂ :4 Y ₂ O ₃ :8	同上	1750℃× 1hr, N ₂ 中	同上
	7	10	—	SiO ₂ :5 Y ₂ O ₃ :3	同上	1700℃× 1hr, N ₂ 中	— (:HIP せず)
	8	12.5	—	SiO ₂ :8 Y ₂ O ₃ :4	鑄込 成形	1800℃× 1hr, N ₂ 中	1500℃×1hr, 1500atm, N ₂ 中
比 較 例 b	1	3	—	MgO :2 Y ₂ O ₃ :4	金型 プレス	1750℃× 1hr, Ar中	1500℃×1hr, N ₂ 中
	2	35	—	同上	同上	1800℃× 1hr, N ₂ 中	同上
	3	15	—	MgO :12 Y ₂ O ₃ :24	同上	同上	同上
	4	15	—	MgO :0.5 Y ₂ O ₃ :1.5	同上	同上	同上
	5	15	—	SiO ₂ :8 Y ₂ O ₃ :4	同上	1800℃× 1hr, Ar中	1500℃×1hr, Ar中
	6	15	—	同上	同上	1400℃× 1hr, N ₂ 中	1500℃×1hr, N ₂ 中
	7	15	—	同上	同上	2000℃× 1hr, N ₂ 中	同上

		N ₂ 量 : %	気孔 率	強度 : kg/mm ²	韌性 : MPa ^{1/2}
実 施 例 B	1	0.6	0.2	80	4.3
	2	0.9	0.2	84	4.9
	3	1.2	0.1	95	5.1
	4	1.3	0.1	89	5.0
	5	1.2	0.3	80	5.1
	6	1.2	0.6	80	5.5
	7	0.5	2.0	65	4.4
	8	0.8	0.1	83	5.2
比 較 例 b	1	0.8	0.08	71	3.1
	2	0.9	7.8	31	測定不可
	3	2.1	1.2	36	2.9
	4	0.21	10.5	25	測定不可
	5	0.09	2.9	42	3.2
	6	2.0	15.8	22	測定不可
	7	2.4	6.5	30	3.1

【0047】

【表5】

		SiC 割合 :wt%	化合物 :wt%	焼結助 剤 :wt%	成形 法	焼結条 件	HIP 条件
実 施 例 C	1	10	TiC :4	SiO ₂ :5 Y ₂ O ₃ :3	金型 プレス	1750℃ ×1hr, N ₂ 中	1500℃× 1hr, 1500 atm, N ₂ 中
	2	15	TiC :8	MgO :4 Y ₂ O ₃ :8	同上	同上	同上
	3	15	VC :4	MgO :4 ZrO ₂ :8	同上	同上	同上
	4	20	TiC :4	MgO :4 Y ₂ O ₃ :8	同上	同上	同上
	5	10	TiC :4	SiO ₂ :5 Y ₂ O ₃ :3	同上	同上	— (HIPせず)
比 較 例 c	1	15	TiC :8	MgO :4 Y ₂ O ₃ :8	同上	1750℃ ×1hr, Ar中	1500℃× 1hr, 1500 atm, Ar中
	2	3	TiC :4	SiO ₂ :5 Y ₂ O ₃ :3	同上	1750℃ ×1hr, N ₂ 中	1500℃× 1hr, 1500 atm, N ₂ 中
	3	35	TiC :4	SiO ₂ :5 Y ₂ O ₃ :3	同上	同上	同上
	4	10	TiC :4	SiO ₂ :0.5 Y ₂ O ₃ :1.5	同上	同上	同上
	5	10	TiC :4	SiO ₂ :12 Y ₂ O ₃ :24	同上	同上	同上

【0048】

【表6】

		N ₂ 量 : %	気孔 率	強度 : kg/mm ²	物性 : MPa mm ^{1/2}
実 施 例 C	1	1.0	0.1	92	4.1
	2	1.2	0.2	84	4.9
	3	1.4	0.2	82	5.0
	4	1.0	0.5	80	5.5
	5	0.5	3.5	75	4.8
比 較 例 c	1	0.08	3.4	60	4.0
	2	0.9	0.1	82	3.1
	3	0.9	11.1	28	測定不可
	4	1.6	8.6	30	測定不可
	5	1.2	0.5	42	2.8

【0049】

【表7】

		SiC μm :wt%	化合物 :wt%	焼結助剤 :wt%	焼結 条件	HIP 条件
実 施 例 D	1	15	—	MgO :1, ZrO ₂ :2, Y ₂ O ₃ :4	1750°C× 1hr	1450°C ×1hr
	2	15	TiC :4	MgO :1, ZrO ₂ :2, Y ₂ O ₃ :4	1800°C× 1hr	同上
	3	15	TiC :8	MgO :1.4, ZrO ₂ :3, Y ₂ O ₃ :6	1820°C× 1hr	同上
	4	20	—	MgO :1.8, ZrO ₂ :4, Y ₂ O ₃ :8	1750°C× 1hr	同上
	5	15	VC:2 WC:4	MgO :1, ZrO ₂ :2, Y ₂ O ₃ :4	1750°C× 1hr	同上
	6	10	TiN :4	MgO :1.8, ZrO ₂ :4, Y ₂ O ₃ :8	1750°C× 1hr	同上
	7	12.5	TiB ₂ :10	MgO :1.8, ZrO ₂ :4, Y ₂ O ₃ :8	1770°C× 1hr	同上
比 較 例 d	1	15	—	MgO :1.4, Y ₂ O ₃ :6	1750°C× 1hr	同上
	2	15	—	SiO ₂ :4, Y ₂ O ₃ :4	1800°C× 1hr	同上
	3	15	—	MgO :1.4, ZrO ₂ :6	1750°C× 1hr	同上
	4	15	—	MgO :5, ZrO ₂ :10, Y ₂ O ₃ :15	1750°C× 1hr	同上
	5	15	—	MgO:0.1, ZrO ₂ :0.1 Y ₂ O ₃ :0.5	1800°C× 1hr	同上

【 0 0 5 0 】

【表 8】

		N ₂ 量 : %	気孔率 : %	強度 : kg/mm ²	靱性 : MPa ^{1/2}	硬度 Hv
実 施 例 D	1	0.4	0.0	100	5.4	1820
	2	0.8	0.2	96	4.9	1900
	3	1.0	0.1	110	5.4	2100
	4	0.7	0.3	86	5.1	1880
	5	0.5	0.0	100	5.6	2050
	6	1.7	0.2	88	4.8	1900
	7	0.6	0.3	85	4.9	1950
比 較 例 d	1	0.6	0.2	78	4.4	1670
	2	0.5	0.8	71	4.2	1610
	3	0.8	1.2	68	4.3	1590
	4	1.2	0.2	70	4.6	1600
	5	0.3	7.2	46	4.6	1520

【 0 0 5 1 】

【表 9】

		SiC ウィスカ			混合時間 : Hr	気孔率 : %	強度 : kg/mm ²	破壊 靱性値 : MPam ^{1/2}
		径 : μm	アスペクト比	含有量 : wt%				
実施例 D-2		0.8	15	15	20	0.2	96	4.9
比較 例 E	1	0.2	15	15	20	0.2	83	3.0
	2	2.0	15	15	20	0.2	62	5.5
	3	0.8	2	15	240	0.2	68	2.7
	4	0.8	50	15	5	8.8	35	測定不可
	5	0.8	30	25	20	21.1	23	測定不可
	6	0.8	60	5	1	0.1	43	3.2

【 0 0 5 2 】

【 表 1 0 】

		化合物 : wt%	成形方法	成形圧力 : ton/cm ²	焼結条件 (雰囲気: 全てN ₂ 中)	HIP 後 密度 : %	曲げ強度 : kg/mm ²	破壊 靱性値 : MPam ^{1/2}
実 施 例 F	1	—	金型プレス	3	1750℃×1hr	99.9	98	5.2
	2	—	金型プレス	4.5	1750℃×1hr	100	100	5.4
	3	TiC:4	金型プレス	4.5	1800℃×1hr	100	96	4.9
	4	VC:2 WC:4	金型プレス	4.5	1750℃×1hr	99.9	100	5.6
	5	—	CIP	3	1750℃×1hr	99.8	90	5.1
	6	—	CIP	4.5	1750℃×1hr	100	95	5.1
比 較 例 G	1	—	金型プレス	1.5	1750℃×1hr	94.1	48	4.1
	2	—	CIP	1.5	1750℃×1hr	93.9	40	4.0
	3	TiC:4	金型プレス	1.5	1800℃×1hr	93.5	42	3.9

注) HIP 条件 ---- 全て、N₂中、1500℃×1hr、1500atm

【 0 0 5 3 】 (実施例 6) 前記 D-2 の Al₂O₃ 基焼結体をベースとし、SiC ウィスカの直径、平均アスペクト比、SiC ウィスカの含有量 c、ボールミルによる原料混合時間 t、気孔率をパラメータとして表 9 に示す如く変化させ、かかる点を除き D-2 の場合と同様の製造法により同様組成を有する Al₂O₃ 基焼結体を得、それらの強度及び靱性を測定した。その結果、表 9 からわかる如く、ベースの D-2 の Al₂O₃ 基焼結体は、SiC ウィスカの径:0.8 μm、アスペクト比:15、含有量 c:15%、混合時間 t:20 時間、気孔率:0.2、強度:96 kg/mm²、靱性:4.9 MPam^{1/2} である。これに対し、比較例の Al₂O₃ 基焼結体 (E1~6) の中、E1 のものは SiC ウィスカ径:0.4 μm 未満のため強

度と同程度であるが靱性が低く、E2 のものは SiC ウィスカ径:1.5 μm 超のため靱性は高いが強度が低い。E3 のものは混合時間 t:200 時間超のためアスペクト比:3 未満となり、強度、靱性とも低い。E4、E5 のものは、混合時間 t<2 c-20 であるためアスペクト比が大きく、アスペクト比と SiC ウィスカの含有量 c との積:400 超のため緻密化せず、気孔率が大きい。E6 のものは混合時間 t:2 時間未満であることに起因して組織が不均一となるため、強度が低い。

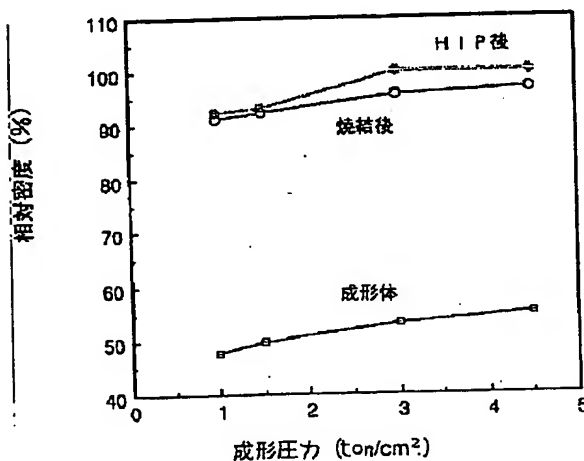
【 0 0 5 4 】 (実施例 7) 前記 D-2 の Al₂O₃ 基焼結体は、原料の湿式混合後の混合体の乾燥をスプレー乾燥法により行っており、強度:96 kg/mm²、靱性:4.9 MPam^{1/2}

である。このスプレー乾燥法に代えてバット乾燥法を適用し、かかる点を除き D-2 の場合と同様の製造法により同様組成を有する Al_2O_3 基焼結体を得、それらの強度及び靱性を測定したところ、強度: $37kg/mm^2$ 、靱性: $4.2MPa \cdot m^{1/2}$ であった。

【0055】(実施例 8) 前記 D-2 の場合と同様配合の混合体について、金型プレス成形または冷間等方圧プレス成形 (以下 CIP) する際の成形圧力が成形体密度、焼結体密度及び HIP 後の密度に及ぼす影響を調べた。その結果を図 1 (成形: 金型プレス成形) 及び図 2 (成形: CIP) に示す。成形圧力が高いほど成形体密度が高く、それに伴って焼結体密度も高くなり、HIP 後の密度は、成形圧力: $3.0 ton/cm^2$ 以上のとき相対密度で 100% 近くに達している。

【0056】(実施例 9) SiC ウィスカ: 15wt% を含み、焼結助剤として MgO : 1wt%, ZrO_2 : 2wt%, Y_2O_3 : 4wt% を含有し、基材として Al_2O_3 基セラミックス原料粉末を含有し、或いは更に表 10 に示す化合物を含有する混合体を、表 10 に示す条件で成形、常圧焼結、HIP し、得られた Al_2O_3 基セラミックスについて密度、曲げ強度及び破壊靱性値を測定した。その結果を表 10 に示す。F1~6 のものは、成形圧力: $3.0 ton/cm^2$ 以上であるため、強度及び靱性が高い。これに比し、G1~3 のものは成形圧力: $3.0 ton/cm^2$ 未満であるため、強度及び靱性が低い。

【図 1】



【0057】

【発明の効果】本発明に係る Al_2O_3 基セラミックスの製造方法は、ホットプレスではなく複雑形状及び大型のもの製造が可能な常圧焼結法を基本工程として、十分な強度・靱性を有すると共に充分緻密な焼結体よりなる SiC ウィスカ含有 Al_2O_3 基セラミックスを製造し得、従って、充分強度・靱性に優れると共に緻密である複雑形状又は/及び大型の SiC ウィスカ含有 Al_2O_3 基セラミックスが得られるようになるという効果を奏する。

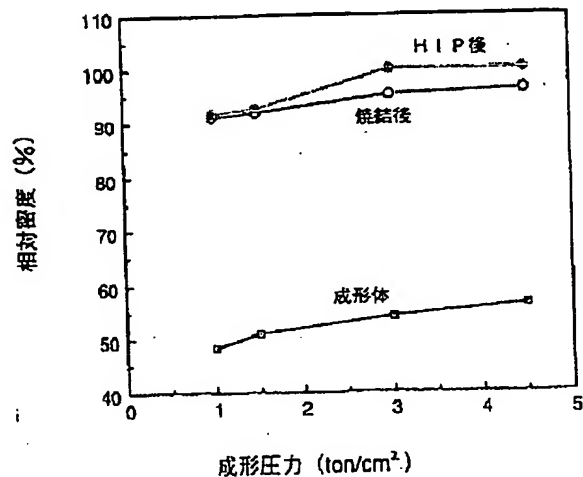
【0058】本発明に係る Al_2O_3 基セラミックスは、常圧焼結法を基本工程として得られる SiC ウィスカ含有 Al_2O_3 基セラミックスであって、十分な強度・靱性を有すると共に充分緻密なものであり、従って、複雑形状又は/及び大型であり、且つ高強度・高靱性が必要な部品あるいは機器の構成材料として好適に使用し得、それらの性能、機能及び耐久性を向上し得るようになるという効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 実施例 8 に係る混合体の金型プレス成形の際の成形圧力と、成形体、焼結後及び HIP 後の相対密度との関係を示す図である。

【図 2】 実施例 8 に係る混合体の冷間等方圧プレス成形の際の成形圧力と成形体、焼結後及び HIP 後の相対密度との関係を示す図である。

【図 2】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☒ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.